第29卷 第3期 2015年3月 材料研究学报 CHINESE JOURNAL OF MATERIALS RESEARCH

Vol. 29 No. 3 March 2 0 1 5

温轧工艺对纳米贝氏体相变速率、组织和力学性能的影响*

何建国1,2 赵爱民1,2 黄 耀3 智 超1,2 赵复庆1,2

- 1. 北京科技大学冶金工程研究院 北京 100083
- 2. 现代交通金属材料与加工技术北京实验室 北京 100083
- 3. 中国电力科学研究院 北京 100192

摘要采用温轧加等温热处理工艺制备纳米贝氏体钢,研究了形变温度对纳米贝氏体相变速率的影响。结果表明,形变过冷奥氏体在503 K的贝氏体等温转变时间由常规等温淬火的50 h缩短至20 h,纳米贝氏体钢的抗拉强度为2127 MPa、延伸率为4%。在实验温度范围内进行的过冷奥氏体形变均能促进纳米贝氏体相变,相变速率随着形变温度的降低而提高。过冷奥氏体形变量大于30%后残余奥氏体组织明显细化,块状残余奥氏体全部转变为薄膜状。温轧工艺可在不恶化其它力学性能的前提下加速低温贝氏体相变,从而缩短热处理时间使生产成本降低。

关键词 金属材料, 纳米贝氏体, 温轧, 相变动力学, 组织结构, 力学性能

分类号 TG142

文章编号 1005-3093(2015)03-0207-06

Effect of Warm Rolling Process on Phase Transformation, Microstructure and Mechanical Properties of Nano-bainite Steel

HE Jianguo^{1,2} ZHAO Aimin^{1,2**} HUANG Yao³ ZHI Chao^{1,2} ZHAO Fuqing^{1,2}

1. Metallurgical Engineering Research Institute, University of Science and Technology Beijing,

Beijing 100083, China

2. Beijing Laboratory for Modern Transportation Advanced Metal Materials and Processing Technology, Beijing 100083, China

3. China Electric Power Research Institute, Beijing 100192, China

*Supported by National Natural Science Foundation of China Nos.51271035 & 51371032.

Manuscript received June 17, 2014; in revised form October 10, 2014.

**To whom correspondence should be addressed, Tel: (010)62332617, E-mail: aimin.zhao@ustb.edu.cn

ABSTRACT Nanostructured bainite steel with an ultimate tensile strength of 2127 MPa, elongation of 4% has been obtained by warm rolling followed with isothermal heat treatment. The effect of deformation temperature on transformation of nano bainites has been investigated. The results show that with a proper warm defromation, the time required for the transformation of the supercooled austenite into bainite can be shortened from 50 h to 20 h. The deformation rates of supercooled austenite adopted at all temperatures in the experiments can accelerate the low temperature nanobainite transformation, while the transformation rate increased with the decreasing deformation temperature. With a deformation rate above 30%, the retained austenites were sharply refined and the blocky austenites were diminished. The low temperature nano bainite transformation can be accelerated by warm rolling process without harm to the strength, thus shortening the time of heat treatment resulting in cost saving of the steel production.

KEY WORDS metallic materials, nanobainite, warm rolling, transformation kinetic, microstructure, mechanical properties

由 Bhadeshia^[1-5]等基于相变强化理论开发的纳

*国家自然科学基金51271035和51371032资助项目。 2014年6月17日收到初稿; 2014年10月10日收到修改稿。 本文联系人: 赵爱民 米贝氏体钢具有极高的抗拉强度(>2000 MPa)和断裂韧性(30 MPa m¹²),引起了广泛关注。纳米贝氏体钢的性能,与贝氏体铁素体片层厚度和残余奥氏体形态密切相关。纳米贝氏体钢的片层越薄其强度越



高, 块状残余奥氏体越少韧性越好^[6-9]。研究表明^[4],只有在很低的温度(473-523 K)下等温才能得到纳米级厚度的片状贝氏体, 但是低温热处理需要耗费大量的时间和成本。在比较大的压应力(200 MPa)作用下贝氏体相变速率明显提高^[10],但是用该方法很难实现板材的工业化生产。较低程度的形变可加速低温下的马氏体的相变, 但是对形变温度的设计还有一定的争议^[1], 12]。

目前关于纳米贝氏体钢的研究, 主要集中在组织表征与等温工艺等方面[13-15]。因此, 探索形变温度以及其他参数对超高强纳米贝氏体钢的相变速率和组织性能的影响, 对形变热处理工艺和纳米贝氏体钢的制备具有一定的理论和指导意义。本文用温轧工艺加速纳米贝氏体钢的低温相变速率, 研究温轧形变对低温纳米贝氏体相变速率和组织性能的影响。

1 实验方法

实验用钢的成分(质量分数,%)为Fe-0.91C-1.65Si-2.07Mn-1.26Cr-0.25Mo-1.56Co-0.78Al,在真空感应熔炼炉中熔炼。炼后浇铸成直径为50 mm、长度为600 mm的铸锭,将铸锭锻造成尺寸为80 mm×80 mm×80 mm的方坯。将所有锻坯在1552 K高温均匀化退火24 h,然后锻坯1273 K开轧,1173 K终轧后空冷,制成6 mm厚的热轧板,用于后续温轧试验。

用德国DIL805高温相变仪进行热膨胀实验, 试样为直径4 mm、长度10 mm圆柱, 用于研究纳米贝氏体钢在503 K常规等温转变的相变动力学, 记录时间为60 h。Gleeble3500 热模拟实验, 试样尺寸为 Φ6 mm×15 mm, 试样于1173 K奥氏体化15 min, 快冷到503-873 K之间的不同温度压缩变形, 压缩量为20%, 变形后快冷至503 K保温6 h。在保温过程中实时记录相变膨胀数据, 研究不同温度奥氏体形变对低温贝氏体相变的动力学影响, 具体工艺如图1 所示。

结合原位热模拟实验结果制定温轧工艺,并在同一温度区间内通过改变轧制道次而改变总变形量,研究应变对纳米贝氏体组织和性能的影响,轧制工艺如图2所示。具体工艺:将准备好的6mm厚热轧板加热到1173 K,奥氏体化后快冷到873 K开始温轧,道次压下量为0.5 mm,经不同道次轧制后冷却至503 K并在加热炉中恒温(503 K)保温20 h取出水冷。

在温轧板中间位置沿轧向切取金相试样,常规

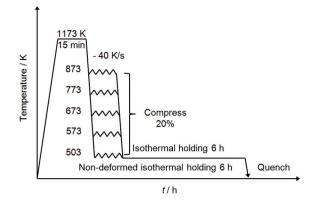


图1 原位热模拟实验工艺示意图
mematic illustration of *in situ* deformation ex

Fig.1 Schematic illustration of *in situ* deformation experiment

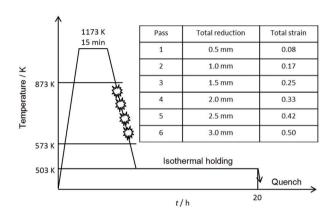


图 2 温轧工艺示意图 Fig.2 Warm rolling process diagrams

方法制备金相试样,用 ZEISS SUPRA55型场发射扫描电镜(SEM)观察组织形貌。透射电镜试样与金相试样的取样位置相同,将其机械研磨至50 μm厚,取直径3 mm的薄片在室温下通过离子双喷减薄,双喷液成分为5%高氯酸-乙醇溶液,电压为20-30 V。用 JEOL JEM-2000型透射电镜(TEM)观察纳米贝氏体钢的精细组织结构与形貌。在室温下测试拉伸性能,拉伸试样平行段尺寸为25 mm×6 mm×2 mm,拉伸速率为1 mm/min。用430SVD维氏硬度计测量维氏硬度,加载力为9.8 N,测量5次取平均值。用文献[17]的方法测定钢中残余奥氏体的体积分数和残余奥氏体中的C含量。

2 结果和讨论

2.1 纳米贝氏体低温等温相变速率

图3给出了高温相变仪记录的等温纳米贝氏体相变膨胀量与时间曲线,可见其中膨胀曲线(L-change)在保温的前5h内没有明显变化,当保温时间大于5h后膨胀量逐渐增加,贝氏体相变开始进行。膨胀曲线在保温50h后接近水平,贝氏体相变

209

基本完成。结果表明, 温度为503 K时贝氏体相变的完成时间约为50 h, 在该温度贝氏体相变的孕育期约为5 h。

将膨胀量与时间求导得到膨胀增速-时间曲线 (rate), 即得图 3 中的速率曲线。膨胀速率在 10 h 26 min达到最大值 1.24×10⁻³ μm·s⁻¹, 随着保温时间的延长相变膨胀速率逐渐降低, 在保温 50 h 后膨胀量增速大约为零, 进一步证明贝氏体相变在保温 50 h 后停止。综上所述, 通过用常规等温淬火工艺制备的高碳富硅纳米贝氏体钢, 在 503 K 完成等温贝氏体相变至少需要 50 h。

2.2 形变温度对纳米贝氏体低温等温转变速率的影响

为了缩短贝氏体区等温时间,本文提出了在等温前进行温轧的新工艺。针对目前形变温度对贝氏体相变速率影响的争议,先用Gleeble 热模拟机研究不同温度下进行奥氏体形变后的纳米贝氏体相变动力学,以便确定合适的温轧工艺。图4给出了过冷奥氏体在不同温度下压缩变形20%后在503 K等温的贝氏体相变动力学曲线。由膨胀曲线可知,过冷奥氏体在873 K压缩变形对相变速率影响不大,与

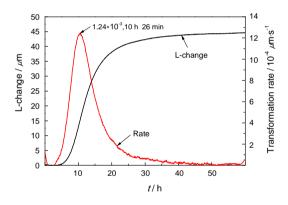


图3纳米贝氏体等温相变动力学曲线

Fig.3 Kinetic of austemperedNanoBainite transformation

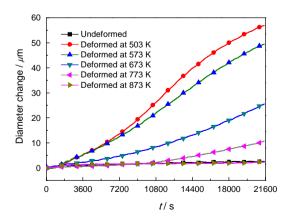


图4 在不同温度20%变形量对纳米贝氏体相变动力学的影响

Fig.4 Effect of deformation (20%) at different temperature on nanobainite transformation kinetic

未经过变形的贝氏体转变速率基本一致。但是随着过冷奥氏体变形温度的逐渐降低贝氏体相变孕育期明显缩短,在773 K和673 K形变后的贝氏体相变孕育期分别为3h和0.7h,而573 K和503 K形变后贝氏体相变孕育期已经缩短至0.5h以内。

图 5 给出了过冷奥氏体经压缩变形后在 503 K 等温的贝氏体相变速率-时间曲线, 其中 No-ε曲线表示未经过形变处理的贝氏体转变速率随时间的变化趋势, 可见其转变速率始终为零, 说明在整个保温过程中尚未发生贝氏体转变。但是在 873 K 形变后的贝氏体相变速率曲线在 5 h 25 min 时发生明显的改变, 转变速率由零急速增长到 4×10⁴ μm·s⁻¹, 说明孕育期已经结束并开始了贝氏体转变。以上结果表明, 在 873 K 对过冷奥氏体压缩变形可缩短贝氏体相变孕育期。与图 5 中的其它曲线相比, 在较低温度下(503 K 或 573 K)将过冷奥氏体压缩变形对贝氏体相变速率影响极为显著, 变形后的过冷奥氏体向贝氏体转变的速率分别在保温 3 h 后达到最大, 测得的相变膨胀速率分别为4×10⁻³ μm·s⁻¹。

综上所述,在503-873 K温度区间内进行形变处理均可加速贝氏体在503 K的低温等温转变,相变完成时间大于6 h。因此,温轧工艺的开轧温度设计为873 K,终轧温度503 K。同时,为了研究相同轧制温度区间的不同变形量对低温等温纳米贝氏体组织与性能的影响,设计了3种不同压下量的温轧工艺,总压下量分别为25%、33%、50%。

2.3 温轧纳米贝氏体钢显微组织

用不同工艺制备的纳米贝氏体组织,如图6所示。图6a给出了常规等温淬火纳米贝氏体钢在503 K等温转变2周后的典型室温组织,图6b-d分别给出了3道次温轧(总变形量为25%),4道次温轧(总变形量为33%),6道次温轧(总变形量为50%)后在503 K

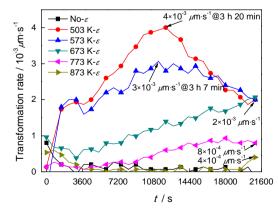


图 5 在不同温度变形量为20%纳米贝氏体转变速率与时间的关系

Fig.5 Nanobainite transformation rate corresponding to Fig.4

恒温保温20 h后的显微组织。用3种温轧工艺均得到了全部纳米贝氏体组织,并且基体中均没有较大尺寸的块状残余奥氏体,说明纳米贝氏体低温相变可在温轧后等温20 h内全部完成。

图 6a 给出了典型的纳米贝氏体组织形貌, 在贝氏体基体上分布着块状未转变奥氏体(平均截距尺寸约 3 μ m), 这些残余奥氏体呈三角形或四边形^[10, 16]。图 6b-d 给出了 3 种压下量温轧后等温的组织, 可见

趋势。贝氏体板条间的组织则为薄膜状的残余奥氏体,其厚度更为细小。

2.4 温轧纳米贝氏体钢力学性能

不同工艺对应的温轧纳米贝氏体钢与常规等温淬火纳米贝氏体钢的性能,列于表1。作为对比试样,用常规等温淬火工艺(Aus)制备纳米贝氏体钢时,为保证奥氏体充分转变,将在503 K的保温时间延长到2周,测得抗拉强度为2040 MPa,总延伸率为

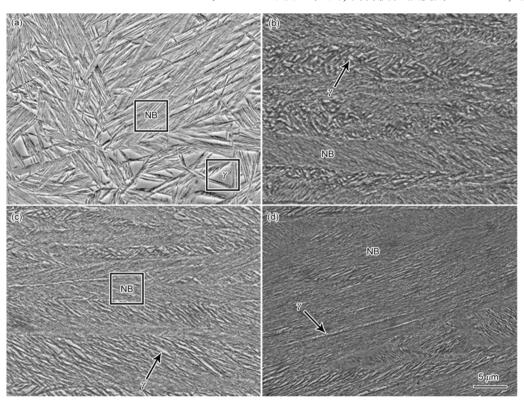


图 6 在 503 K 不同压下量温轧后等温的纳米贝氏体组织 SEM 像

Fig.6 SEM images of nanobainite steels after different process, NB–nanobainite, *γ*–retained austenite, (a) isothermal at 503 K for 2 weeks and (b) 3 passes rolling, (c) 4 passes rolling, (d) 5 passes rolling followed by isothermal at 503 K for 20 hours

基体中的块状未转变奥氏体已经消失,纳米贝氏体片层厚度受温轧的影响而变得更小且遍布整个基体。由于奥氏体变形发生在非再结晶温度,变形后的奥氏体不可能发生再结晶而保留了温轧时晶粒被拉长的状态。当总变形量分别为33%和50%时组织极度细化,如图6c和d所示。

温轧纳米贝氏体组织的精细结构如图7所示。可以看出,温轧后等温的基体组织为无碳化物贝氏体。不同于通常意义上的下贝氏体组织,纳米贝氏体由片层状的贝氏体铁素体及膜状残余奥氏体交替层叠构成。图7展示的分别为图6c和d所对应的TEM像,其中白色部分为贝氏体铁素体,板条宽度约50 nm,随着变形量的增加贝氏体片层有变薄的

6.1%, 残余奥氏体含量为32.01%。当温轧总变形量达到50%时抗拉强度最高为2127 MPa, 总延伸率为4%, 残余奥氏体含量为34.49%。结合硬度数据及前文对组织分析的结果可知, 虽然用3种轧制工艺都能得到全部纳米贝氏体组织, 但是温轧总变形量的增大使组织更加细化, 同时奥氏体加工硬化程度提高, 体现为抗拉强度和硬度的提高。

3 讨 论

纳米贝氏体钢的超高强度源自其显微组织的超细化,且强度与贝氏体铁素体片层厚度严格相关[10]。 当贝氏体铁素体的片层厚度从20 nm增加至100 nm后, 抗拉强度将从2300 MPa降低至1800 MPa, 随着

211

残余奥氏体片层厚度的增加,延伸率从4%增加到20%^[6-8]。以上结论成立的前提是,基体组织为全部纳米贝氏体。若贝氏体相变不充分,组织中亚稳残余奥氏体在冷却到室温时将发生马氏体相变,从而使组织中增加脆性相,导致钢的强度和延伸率同时降低^[9]。结合前文中组织照片和不同工艺的力学性能可以判断,低温纳米贝氏体相变在温轧后等温20h内转变基本完成,因此其具有较高的力学性能。这也说明,采用温轧工艺可明显加速纳米贝氏体组织的形成。

用X射线衍射方法测定了不同工艺制备的纳米

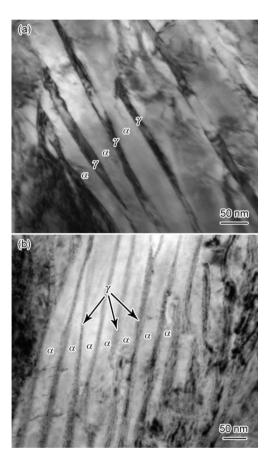


图7 温轧总压下量为33%和50%的纳米贝氏体显微结构TEM像

Fig.7 TEM images of warm rolling nanobainite steels, (a) 4 passes warm rolling, (b) 6 passes warm rolling followed by isothermal at 503 K for 20 hours

贝氏体钢中残余奥氏体含量,并通过晶格常数计算了残余奥氏体中含碳量,残余奥氏体定量分析结果如图8所示。用4种工艺制备的纳米贝氏体钢中残余奥氏体含量基本相同,但是温轧总形变量大于33%的组织中残余奥氏体量略有增加。有文献分析[12],在较高温度(大于873 K)对过冷奥氏体压缩变形可能导致过冷奥氏体机械稳定性提高,从而在室温下稳定,残余奥氏体量会有所增加。

当温轧总形变量为25%(WR3工艺)时组织中总的残余奥氏体量为32.04%,与常规等温淬火组织中残余奥氏体量相同。这个结果说明,贝氏体转变量已经达到最大值,随着等温时间的延长相变不再进行。但是与常规等温淬火工艺的性能相比,其强度和硬度均有所下降。对两种工艺的组织构成分析可知,在温轧后组织中虽然块状残余奥氏体的尺寸更小(约0.5 μm),但其在组织中的分布不均匀且有大面积的聚集,使钢的综合力学性能恶化¹¹⁷。

温轧总形变量为33%(WR4工艺)时组织中的块状残余奥氏体消失,全部为膜状残余奥氏体和纳米贝氏体(图6c)。X射线衍射结果表明,组织的中总残余奥氏体含量高达37.08%,而含碳量在4种工艺中最低,为1.25%。因此其综合力学性能优异,抗拉强度为1890 MPa,总延伸率为14.4%。

在温轧总变形量50%(WR5工艺)的组织中,纳

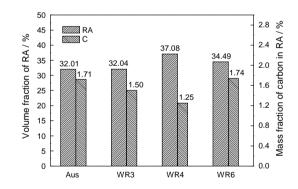


图 8 不同工艺组织中残余奥氏体的含量及含碳量 Fig.8 Content of retain austenite (RA) in samples of different processes and carbon concentration in retain austenite

表1 等温淬火和温轧纳米贝氏体钢的力学性能
Table 1 Properties of austemered and warm rolling nanobainite steels

Process	Pass	Strain	Time	R _p /MPa	R _m /MPa	Total elongation/%	HV
Aus	0	0	2 weeks	1980	2040	6.1	601
WR3	3	25%	20 h	1751	1802	5.5	591
WR4	4	33%	20 h	1851	1890	14.4	589
WR6	6	50%	20 h	1802	2127	4.0	650

米贝氏体铁素体的片层厚度为20-50 nm, 由于组织的超细化得到了最高强度2127 MPa, 这个结果与文献报道的一致[18]。说明温轧加等温的综合工艺能在不损失纳米贝氏体钢的综合力学性能的同时, 缩短贝氏体区等温时间。

由于本文中过冷奥氏体的形变温度较低,在第二道次轧制时的温度已经降低到773 K,更大的应变发生在673 K以下,因此低温形变对奥氏体机械稳定性的影响表现出新的特征。WR4工艺的组织中残余奥氏体含量最高为37.08%,含碳量为1.25%;Aus工艺的组织中残余奥氏体含量为32.01%,含碳量为1.72%;WR3中残余奥氏体含量为32.04%,含碳量为1.50%;WR6工艺的组织中残余奥氏体含量为34.49%,含碳量为1.74%。文献[17]指出,当总的残奥含量相同时,含碳量低且宽度为50-150 nm的膜状残余奥氏体能提供良好的延伸率,与本文的结果一致。

关于温轧变形量能显著加速纳米贝氏体形成的原因: 过冷奥氏体在较低温度下的形变积累了大量位错,保留下来的大量位错为相变提供了形核基础。更重要的是,低温奥氏体变形后的形变储能比高温下相同变形量的形变储能大,过冷奥氏体的形变储能增大了低温贝氏体相变驱动力。以上两方面因素,导致形变后的过冷奥氏体的孕育期缩短且相变速率提高[16]。

4 结 论

- 1. 形变热处理可明显加快实验用钢的低温纳米贝氏体相变,用改进的温轧后等温的形变热处理工艺可在20h内制备出强度为2127 MPa、硬度为650 HV的纳米贝氏体钢,而常规等温淬火工艺制备同强度级别的纳米贝氏体钢则需要等温至少50h。
- 2. 过冷奥氏体在 873-503 K 温度范围内的塑性 变形均可加速低温纳米贝氏体相变速率, 在较高温 度的塑性变形可缩短相变孕育期, 在较低温度的塑 性变形由于形变储能更大, 既缩短了相变孕育期, 也 能加速贝氏体转变使组织更加细化。
- 3. 实验用钢的等温贝氏体转变速率在保温 10 h 26 min 后达到最大值,保温 50 h 后相变基本结束。在 673 K 以下进行过冷奥氏体塑性变形可将贝氏体孕育期从 6 h 缩短至 0.5 h 以内,且其相变速率可在 3 h 达到最大值,温轧工艺对低温纳米贝氏体相变加速效果显著。

参考文献

- F. G.Caballero, H. K. D. H.Bhadeshia, Design of novel high strength bainitic steels_Part 1, Materials Science and Technology, 17(5), 512(2001)
- F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K.Mawella, D. G. Jones and P. Brown, Design of novel high strength bainitic steels_Part 2, Materials Science and Technology, 17(5), 517(2001)
- 3 F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, K. Mawella, D. G. Jones and P. Brown, Very strong low temperature bainite, Materials science and technology, 18(3), 279(2002)
- 4 C. Garcia Mateo, F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, Development of hard bainite, ISIJ International, 43, 1238(2003)
- 5 F. G. Caballero, H. K. D. H. Bhadeshia, Very strong bainite, Current Opinion in Solid State and Materials Science, 8(3), 251(2004)
- 6 C. G. Mateo, H. K. D. H. Bhadeshia, F. G. Caballero, Mechanical properties of low-temperature bainite, Materials Science Forum, 500, 495(2005)
- H. K. D. H. Bhadeshia, Large chunks of very strong steel, Materials Science and Technology, 21(11), 1293(2005)
- 8 H. K. D. H. Bhadeshia, Nanostructured bainite, Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science, 466(2113), 3(2010)
- 9 H. K. D. H. Bhadeshia, The first bulk nanostructured metal, Science and Technology of Advanced Materials, **14**(1), 14202(2013)
- 10 K. Hase, C. G. Mateo, H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite formation influenced by large stress, Materials science and technology, 20(12), 1499(2004)
- 11 W. Gong, Y. Tomota, M. S. Koo and Y. Adachi, Effect of ausforming on nanobainite steel, Scripta Materialia, 63(8), 819(2010)
- 12 W. Gong, Y. Tomota, Y. Adachi, A. M. Paradowska, J. F. Kelleher and S. Y. Zhang, Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel, Acta Materialia, 61(11), 4142(2013)
- 13 F. G. Caballero, M. K. Miller, C. G. Mateo, Atom probe tomography analysis of precipitation during tempering of a nanostructured bainitic steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 42(12), 3660(2011)
- 14 M. N. Yoozbashi, S. Yazdani and T. S. Wang, Design of a new nanostructured, high-Si bainitic steel with lower cost production, Materials & Design, 32(6), 3248(2011)
- 15 S. Khare, K. Lee, H. K. D. H. Bhadeshia, Carbide-Free bainite_ compromise between rate of transformation and properties, Metallurgical and Materials Transactions A, 41(4), 922(2010)
- 16 Y. Huang, A. M. Zhao, J. G. He, X. P. Wang, Z. G. Wang and L. Qi, Microstructure, crystallography and nucleation mechanism of NANO-BAIN steel, International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 20(12), 1155(2013)
- 17 C. G. Mateo, M. Peet, F. G. Caballero and H. K. D. H. Bhadeshia, Tempering of hard mixture of bainitic ferrite and austenite, Materials Science and Technology, 20(7), 814(2004)
- 18 C. G. Mateo, F. G. Caballero, The role of retained austenite on tensile properties of steels with bainitic microstructures, Materials Transactions, 46(8), 1839(2005)

